DERWENT-ACC-NO:

1985-265778

**DERWENT-WEEK:** 

198543

## COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE:

Ultra high pressure sintered **cubic boron nitride** - used for cutting tools, contg. titanium, carbide, titanium nitride, **aluminium oxide** and titanium aluminium nitride

 <b>KWIC</b>	
 KWIC	

## Basic Abstract Text - ABTX (1):

Cubic boron nitride powder having not larger than 10 microns of mean particle size, titanium carbide powder having not larger than 0.2 microns of mean particle size, titanium nitride powder of not larger than 1 micron of mean particle size, aluminium oxide powder having not larger than 0.2 microns of mean particle size and Ti2A1N powder (formed by the reaction of titanium nitride and intermetallic cpd. of Ti-Al) are prepd..

# Basic Abstract Text - ABTX (2):

A compsn. comprising 20-80 vol.% of **cubic BN**, 5-50 vol.% of TiC vol.% of **Al2O3** and 5-20 vol.% of Ti2AlN, is shaped by pressing. The shaped body is subjected to preliminary sintering in vacuum lower than 10 power -2 torr of press. at 1200-1400 deg.C. for 5-60 mins., then it is sintered at 1200-1500 deg.C. under 40-70 KB of press. for 5-60 mins..

## Basic Abstract Text - ABTX (3):

Ultrafine Al2O3 powder having not larger than 0.2 microns of mean particle size prepd. by high temp. hydrolysation of anhydrous aluminium chloride are used.

# Basic Abstract Text - ABTX (4):

USE/ADVANTAGE - Sintered body of **cubic boron nitride** having high density, high abrasion-resistance and high tenacity, is useful for mfg. cutting tools. /0

## Title - TIX (1):

Ultra high pressure sintered cubic boron nitride - used for cutting tools, contg. titanium, carbide, titanium nitride, aluminium oxide and titanium aluminium nitride

## Standard Title Terms - TTX (1):

ULTRA HIGH PRESSURE SINTER CUBE BORON NITRIDE CUT TOOL CONTAIN TITANIUM CARBIDE TITANIUM NITRIDE ALUMINIUM OXIDE TITANIUM ALUMINIUM NITRIDE

# ⑩ 公 開 特 許 公 報 (A) 昭60 - 176973

@Int_Cl_4	識別記号	庁内整理番号		43公開	昭和60年(1985)9月11日		
C 04 B 35/58 35/10 35/56 35/58	1 0 3 1 0 1	7158-4G 7412-4G 7158-4G 7158-4G	審査請求	未請求	発明の数 1	(全7頁)	

図発明の名称 切削工具用立方晶室化硼素基超高圧焼結材料の製造法

②特 願 昭59-31958

②出 願 昭59(1984)2月22日

砂発 明 者三 輪紀 章岐阜県安八郡神戸町大字末守664番地砂発 明 者粥 川正 実岐阜県安八郡神戸町大字末守337番地の9砂発 明 者室 井文 彦大垣市林町7丁目615番地の1

⑪出 願 人 三菱金属株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番2号

砂代 理 人 弁理士 富田 和夫 外1名

明 組 掛

## . 1. 発明の名称

切削工具用立方晶 望化硼素基超高圧焼結 材料の製造法

## 2. 特許詢求の範囲

(1) 原料粉末として、平均粒径:10μm 以下の立方晶密化砂紫粉末、同0.2μm 以下の超微粒炭化チタン粉末、同1μm以下の窒化チタン粉末、同0.2μm 以下の超微粒酸化アルミニウム粉末、 同0.2μm 以下の超微粒酸化アルミニウム粉末、 および1μm 以下の平均粒径を有し、窒化チタンと、Ti-Al の金属間化合物とを反応させることにより生成させた焼結助剤としてのTi<sub>2</sub>AlN 粉末を用移し、

これら原料粉末を、容量がで、

立方晶盤化硼素: 20~80%。

炭化チタン、または炭化チタンと窒化チタン(ただし窒化チタン/(炭化チタン+ 窒化チタン) =

0.05~0.5、容断比):5~50%.

敵化アルミニウム:10~708。

Ti 2A&N : 5 ~ 2 U % .

からなる配合組成に配合し、

この配合粉末を混合した後、プレス成形にて ft. 粉体に成形し、

ついて、この圧粉体に、10<sup>-2</sup> torr 以下の真空中、温度:1200~1400℃、保持時間:5~60分の条件で予備焼結を施すことによつて、Ti<sub>2</sub>AeNの分解により生成したTiNと超微粒炭化チタンとを反応させて耐熱特性のすぐれた微細な炭盤化チタンと超微粒酸化すると共に、この超微粒炭盤化チタンと超微粒酸化すると共に、この超微粒炭器化チタンと超微粒酸化プルミニウムとが強固に絡み合つた高強度および高靭性を有し、かつマイクロボイドのきわめて少ないスケルトン組織を形成し、

引続いて、この予備競結体に、温度:1200~ 1500℃、圧力:40~70KB、保持時間:5~ 60分の立方晶窒化硼素の安定な温度~圧力条件 で超高圧焼結を施して真密度とすることを特徴と するすぐれた耐摩耗性および高制性を有する切削 工具用立方晶盛化硼紫基超高圧焼結材料の製造法。

- (2) 化学気相蒸着法により製造された平均粒径 : U.U 5 ~ U.1 4mを有する超微粒炭化チタン粉末 を原料粉末として使用することを特徴とする特許 請求の範囲第(1)項記載の切削工具用立方晶盤化硼 業基超高圧焼結材料の製造法。
- (3) 無水塩化アルミニウムを高温加水分解することにより製造された平均粒径: 0.2 μm以下を有し、かつ結晶構造が主として r 構造で、一部が b 構造よりなる超微粒酸化アルミニウム粉末を原料粉末として使用することを特徴とする特許請求の範囲第(1)項記載の切削工具用立方晶酸化硼素基超高圧焼結材料の製造法。

#### 3. 発明の詳細な説明

この発明は、すぐれた耐壓牦性と高製性、さら に真密度を有し、特にこれらの特性が要求される 高硬度鋼や表面部の側さ勾配が急破な浸炭焼入れ 鋼などの切削に切削工具として用いた場合にすぐ れた切削性能を示す立方都盤化硼素(以下CBN

に過大な切削抵抗 (殊に背分力)が加わる場合や、より耐熱特性が製水される場合、さらに被削材の 表面部の硬さ勾配が急激な設炭機入れ鋼などを切削する場合には、強度および 
朝性不足が原因して 所望の安定した切削性能を示さず、必ずしも併頼 性の高いものではなかつた。

そとで、本発明者等は、上記先行発明のCBN 基超高圧焼結材料に着目し、これに高強度と高製 性を付与すべく研究を行なつた結果、

原料物末として、平均粒径: 10μm以下のCBN 物末、同0.2μm 以下の超微粒炭化チタン(以下 TiCで示す)粉末、同1μm 以下の額化チタン (以下TiNで示す)粉末、同0.2μm 以下の超微 粒Aℓ<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末、および同1μm 以下のTi<sub>2</sub>AℓN 粉 末を用意し、これら原料粉末を、

CBN: 20~80%.

TiC. または TiC + TiN ( ただし、容量比で、 TiN / (TiC+TiN)=0.05~0.5):5~50%.

Al2O3 : 1 0 ~ 7 0 %.

Ti 2 A & N : 5 ~ 2 0 % .

で示す) 基組高圧 焼結材料の 製造法に関するもの である。

先に同一出顧人は、特願昭 5 3 - 100932 号 (特開昭 5 5 - 31517 号)として。

周期律表の4 a 、5 a 、および6 a 族金與の炭化物、窒化物、炭窒化物、炭酸化物、 または炭窒酸化物からなる高触点化合物:5 ~5 0 9

酸化アルミニウム(以下 Aℓ<sub>2</sub>O<sub>3</sub> で示す): 」U ~7 U S

CBNおよび不可避不納物:25~85%、からなる組成(以上容量%、以下%は容量%を示す)を有し、特に高硬度鋼やNi基耐熱合金などの切削に切削工具として用いた場合にすぐれた切削性能を発揮するCBN基超高圧绕結材料を特許出願した。

確かに、上記の先行発明のCBN基超高圧締結 材料は、通常の条件での切削に際してはすぐれた 切削性能を示すものの、生産性向上をはかる目的 で、例えば高硬度鋼を深切り込み、あるいは高送 り切削する際に見られるような切削工具に相対的

からなる配合組成に配合し、 この配合粉末を混合 した後、プレス成形にて圧粉体に成形し、

ついで、との圧粉体に、10<sup>-2</sup> torr 以下の真空 中、温度:1200~1400℃、保持時間:5 ~60分の条件で予開機粘を施すと、この予備焼 結時に、Ti2AlNが焼結助剤として働き、これより 分解生成した TiN が超微粒 TiC と反応して活性化 富んだ超微粒炭器化チタン(以下TiCN で示す) を形成し、一方、通常結晶構造が主としてて構造 で、その一部がβ構造よりなる超微粒 Αθ203 がα 構造に結晶変態し、粒子再配列による厳密化過程 を経て、著しく怙性化したものとなることから、 この結果得られた予備統結体は、前記拡性化した 超微粒 TiCN と α - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の間で、堅固に絡み合つ て強固に結合し、かつマイクロボイドのきわめて 少ない高密度にして高強度の三次元スケルトン制 織を形成するようになるので焼結材料の耐熱特性 が一段と向上するようになり、

引続いて、この予備焼結体に、超高圧装置を用い、CBNの安定な温度-圧力条件、すなわち温

以: 1200~1500℃、圧力: 40~70 KB.保持時間: 5~60分の条件で超高圧結結を施すと、耐緊無性にすぐれ、かつ高強度および高靱性を有する異密度の焼結材料が得られるようになるという

この発明は、上記知見にもとついてなされたものであつて、以下に製造条件を上記の通りに限足した理由を説明する。

A. 原料粉末の平均粒径

#### (i) C B N 粉末

CBN粉末の平均粒径が10μmを越えると、比 装面積が少なくなることに原因してCBN相と、 活性化した超微粒 TiCN および超微粒 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>とが強 固に結合して形成されたスケルトン組織からなる 結合相との間でのつきまわりが不充分になり、こ の結果充分な界面強度が得られず、切削時に CBN 粒子の脱落によるチッピング等の損傷が発生しや すくなることから、CBN粉末の平均粒径を10 μm 以下とした。

(2) 超微粒 TiC 粉末

預問な予解結体を製造するのに、前配超微粒 TICN と共に不可欠の成分であるが、そのであれているが、そのではなりでなると、マイクロボイドが形成したすくなるはかりでなく、スケルトン 構造のではない。なけるのでは、所望の対域になるないのでは、では、ないの無水塩にているのでは、のでは、のでは、ないので、原料粉末として理想的である。

#### (4) Ti2AeN 粉末

Ti2AlN粉末は、Tiの設化物とTi-Al金属間化合物を原料とし、これを真空中あるいは不活性ガス中で加熱反応させることにより製造されるものであり、上配のように予解焼結時に、焼結助剤として作用し、CBN間でTiCN-Al2O3の三次元スケルトン組織を形成するのに不可欠の原料粉末で

上記の通り、超微粒 TiC は、予爛焼結に際して 焼結助剤である Ti 2A&N と反応し、より耐熱特性 にすぐれ、かつ活性化した超微粒 TiCN を形成する る成分であり、この反応を完全に行なわしぬるためには、その平均粒径を 0.2 μm 以下、 銀をしく は 0.05~0.1 μm にする必要がある。 すなとも超 数粒 TiC の 平均粒径が 0.2 μm を 趣えると、 前記 の反応が不十分となり、未反応の TiC が 現功 強能 の方になって、 材料が高温で安定した切り強能を ようになって、 材料が高温で安定した切り強能を よっては化学気相 蒸 盤により 製造したものを使用 するのがよい。

#### (3) 超微粒 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粉末

超微粒 Aℓ2O3 は、上配の通り通常結晶構造が主として r 構造で、その一部が δ 構造よりなるが、予備発結時に、α結晶構造に変態し、粒子再配列による数密化過程を経て、活性化したものとなり。この活性化した超数粒 Aℓ2O3 と同じく活性化した超数粒 TiCN とが強固に結合したスケルトン組織を形成し、マイクロポイトの少ない高密度にして

あるが、その平均粒径が 1 um を超えると、相対的に表面積の減少をきたし、上記の分解反応が緩慢になり、粒子間相互の結合が強固にして高密度のスケルトン組織を形成することが困難になることから、その平均粒径を 1 um 以下と定めた。

#### (5) TIN 粉末

超微粒 TIC 粉末の一部を、TiN 自体のもつすぐれた高温安定性を生かすため、必要に応じて TiN 粉末で懺換した場合、前配の超微粒 TiCN と超微粒 Al2Os とが強固に結合したスケルトン組織中に TiN が分散あるいは一部固溶した組織をもつようになるが、その平均粒径が1μm を越えると、 超微粒 TiC と Ti2AlN との反応が阻害されるようになるばかりでなく、均一に絡み合ったスケルトン組織を形成するととが困難になることから、その平均粒径を1μm 以下と定めた。

B. 配合組成

(1) C B N

CBNは、ダイヤモンド次ぐ使さ(ビッカース 硬さで6000~7000kg/mm) を有し、かつダイ ヤモンドより高温まで安定した性質をもつほか、 鉄族金崎に対して反応しにくい性質をもつもので あり、したがつてその配合量が20多未満では、 所望の耐撃耗性を確保することができず、一方そ の配合量が80多を越えると、相対的にCBNの 歯が多くなり過ぎてスケルトン組織の形成が不十 分となり、この結果靱性低下をもたらし、切削時 にチンピング摩耗を生じやすくなることから、そ の配合量を20~80多と定めた。

#### (2) TiC

TiC には、上記のように焼結助剤である Ti 2A&N と反応し、より耐熱特性にすぐれ、かつ活性化した超微型 TiCN を形成し、かつとれがスケルトン組織の一貫を悔成して焼結材料の制性を向上させる作用があるが、その配合 替が 5 多未満では前記作用に所望の効果が得られず、一方 5 0 多を越えた配合 数になると、TiC が残留するようになり、安定した高温強度を得ることが困難になることから、その配合 量を 5 ~ 5 0 多と定めた。また、この場合、その一部を TiN で機換すると耐熱特性が

#### (4) Ti 2AlN

Ti 2AlN は、上記の通り予備船結時に焼結助剤 として働き、超微粒 TiC と反応して超微粒 TiCN を形成し、これと超微粒 Aℓ2O3 との間で結合力の 強固なスケルトン組織を形成するのに不可欠のも のである。したがつて、その配合量が5ヵ未満で は超微粒 TiCN の形成が不十分で、所望の著しく 製性に富んだスケルトン組織を形成することがで きず、一方その配合量が20%を越えると、 TiN やABN が燃結材料中に残存するようになり、これ ら TIN や AlN は安定な化合物であるため、反応性 **に乏しく。強固な結合力でもつたスケルトン組載** を形成するのに阻害成分として作用するようにな ることから、その配合質を5~20多と定めた。 なお、この場合、Ti2AlN K代つて、TiN, AlN, TiAl,あるいは TiAla などを焼結助剤として用い てもTi2A&N と同じ作用効果が得られるものでは ない。すなわち、TINの場合、それ自体が安足な 耐熱酸化物であるために、髒成成分であるCBN. 超微粒 TiC, および超微粒 Al2O3 を結びつける反

一段と向上するようになるので、例えば切削用途として、高い発熱を伴う場合や熱衝撃の加わる場合などに必要に応じて配合されるが、その戦後目がTiC に対する割合で5%未満では、所望の特性向上効果が得られず、一方同50%を超えると、動したスケルトン組織の形成が困難となることから、TiNの懺後 監は、TiC に対する割合で5~50%、すなわち、TiN/(TiC+TiN)=0.05~0.5%としなければならない。

#### (3) A & 2 O 3

 $A\ell_2O_3$  には、上配の通り予備焼結時に、活性化した  $\alpha$  - 結晶構造に変態し、もつて活性化した超 
微粒 TiCN と 
製性に 
富んだスケルトン組織を 
形成 
する作用があるが、その配合 
ドが 1 0 多米 消化 
が 1 0 多米 では 
前記作用に 
所認の 
効果が 得られず、 一方 7 0 多 を 
越えた配合に 
なると、 相対的に C B N の配合 
は 
かなく 
なりすぎて、 所 
記のすぐれた 
耐 
解集性 
を 
を 
なることが 
できなく 
なることから、 その配合 
を 
な 1 0 ~ 7 0 多 と 定めた。

応を生じさせるととは不可能である。また、A&Nも同様に蒸気圧が高く、安定な化台物であるため、反応性に乏しく、かつ予備焼結後の超高圧焼結をいて、焼結阻害因子として作用するもの容易にのからに、TiA&やTiA&は、予備焼結をのであり、との場合相対的になるものでより、A&Nを形成するようになるものであり、とのようになるものであり、とのようになるものであり、とのようになら、焼結時に、A&Nを形成するTiA&やTiA&。こくない。金剛A&を焼結助剤として用いるのは望ましくない。

#### C. 予備競結条件

予開焼結は、各構成成分粒子の脱酸 かよびクリーニングなどの副次効果が考えられるが、主体は、超酸 粒 TiC と  $Ti_2A\ell$ N とを反応させて活性に富んだ超数粒 TiCN を生成させ、同時に活性化した超敏粒  $\alpha$  -  $A\ell_2O_3$  との間で、微細にしてマイクロボイドが少なく、かつ堅固に絡み合つた、結合強度の高いスケルトン組織を形成することにあるが、これらの反応は、努朗気の真空度を  $10^{-2}$  torr 以

#### D. 超高圧燃結条件

超高圧焼結は、上配の予備焼結によつて得られたマイクロボイドが少く、初期密度の高い、高強度の予備焼結体を真密度にするために行なわれるものであり、したがつてCBNの安定な圧力をよび跳り、その圧力ー温度、件として、圧力:40~70KB、温度:1200~1500でまたのであり、また焼結時間についても、5分未満には焼結が不十分であり、一方60分を越えた焼結時間は不必要であることから、5~60分と定めたのである。

つきに、この発明の方法を実施例により具体的に説明する。

#### 宴 施 例

原料粉末として、平均粒径: 3 μm の C B N 粉 来、通常の化学蒸潜法により形成された同 0.08 μm を有する超微粒 TiC 粉末、機械的粉砕により 調製された同 U.6μmのTiN 粉末、無水塩化アルミ ニウムの高温加水分解により製造された同 1). J μm の超微粒 Aℓ2O3 粉末、および機械的粉砕化より調 製された回 0.9 μm の Ti 2 A l N 粉末を用意し、これ ら原料粉末をそれぞれ第1表に示される配合組成 化配合し、ボールミル化て混合した後、 3 ton/jaの 圧力で、直径より 0 mo×厚さより mi の寸法をも つた円板状圧粉体にプレス成形し、ついで同じく 第1表に示される条件で、前配圧粉体を予備焼結 し、引続いて、この結果得られた予備焼結体を、 同一寸法の炭化タングステン(WC)基超融合金 (Co:12 重量 f 、 W C : 残り ) 製チップに重ね 合わせた状態で超高圧装置に装入し、同じく第1 表に示される条件で超高圧燃結を行なりことによ つて本発明超高圧燃結材料」~12をそれぞれ製 治した。また、比較の目的で、上記の予備焼結を

		配合組成(容量多)				予購焙粘条件			超高圧焼結条件			切刃の	
榧	别	CBN	TiC	TiN	Ti 2A&N	Al 203	真空度	温度	時間	真空度	温度	時間	逃げ面摩耗幅
							(torr)	(°C)	(分)	(torr)	(℃)	( <del>S)</del> )	(22)
本	1	20	30	-	10	40	10-3	1200	15	40	1200	15	0.17
発	2	50 ·	20	_	10	20		1300	30	55	1350	30	0.07
剪	3	80	5	_	5	10		1400	6υ	70	1500	60	0.15
础-	4	35	5	_	20	40	10-2			υ 5υ	1350	20	0.08
高	5	35	50	_	5	10		1250	20				0.06
焼	6	50	20	_	5	25	10-3	1300	30	55	1400	30	0.08
絽	7	50	20	_	.20	10							0.07
材	8	20	50	_	20	10							0.17
料	9	20	5	_	5	70	10-2	1250	20	40	1300	20	υ.20
	10	50	15	5	10	20							0.08
	11	50	15	10	10	15	10-4	1350	45	55	1450	30	0.09
	12	50	15	. 15	10	10							0.10

第1表の1

	Sil	配 合 組 成(容像6)					予筛糖糖条件			超高压燃結条件			切刃のす
椪		CBN	TiC	TiN	TizAEN	A & 2 O 3	真空度	<b>福度</b>	時 側	九空底	温度	時間	くい而身 離までの 時間
							(torr)	(°C)	(分)	(torr)	(C)	(分)	(分)
比	1	20	30	-	. 01	40				40	1200	15	4 %
戟	2	5 υ	20	_	10	20				55	1350	30	14
超	3	80	5	_	5	10					70	1500	6υ
髙	4	35	5	_	20	40							6
Æ	5	35	5 ()	-	5	0.1	-			50	1350	20	8
焼	6	5 ()	20	_	5	25 .		-		55	1400	30	10
結材	7	50	20	-	20	0.1							J 2
*4	8	20	50	_	20	10					1300	20	6.90
	9	20	5	_	5	7υ				40			3#
	10	50	1.5	5	10	20			ř		1450	30	13
	11	50	15	0 1	10	1 5			ļ	55			14
	12	5 ()	15	15	10	10	1					-	15

(\*印:ノーズ部にチッピングの発生あり)

第1表の2

行なわない以外は、同一の条件で比較超高圧焼結 材料」~12を製造した。

ついて、この結果符られた本発明超高圧器結材料 1 ~ 1 2 および比較超高圧機結材料 1 ~ 1 2 から、切削チップを切出し、W C 基超硬合金製ホルタにろう付けし、研磨仕上げした後、

被削材: SCM - 4 1 5 の浸炭焼入れ材(装面硬さ: H<sub>R</sub>C 6 0 ±1、 浸炭層深さ: 0.7 転以上).

切削速度:120m/mi.

切り込み:11.3 ぬ、

送 り: 0.2 m/rev.

切削時間:20 mm.

の条件で退続切削試験を行ない、切刃の逃げ面摩 耗幅を測定した。との結果を第1 表に示した。

第1数に示される結果から、高強度と高靱性が 要求される装而部の硬さ勾配が急激な浸炭銑入れ 材の切削に際して、本乳明超高圧焼結材料 1~12 は、いすれもすぐれた耐軽耗性を有し、かつさら に引続いての切削が可能であるのに対して、予備 焼結を行なわず、圧粉体をそのまま超高圧焼結し た比較超高圧焼結材料」~12は、いずれも3~ 」5分で切为のすくい面に剣離現象が現われ、中 にはノーズ部にチッピングが発生したものもあり、 短時間で使用寿命に至るものであつた。

出願人 三菱金属株式会社

代理人 富 田 和 央外1名

## 特開昭60-176973(フ)

手 統 補 正 曲 (自 発) 昭和 59 年 4 月 11 日

特許庁長官 若 杉 和 夫 殿

1. 事件の表示

特願 〒 5 9 - 3 1 9 5 8 号

2. 発明の名称

切削工 貝 用 立 方 晶 窒 化 硼 素 基 超 高 圧 焼 結 材 料 の 製 造 法

3、 補正をする者

事件との関係 特許出願人住所 東京都千代田区大手町一丁目 5番 2号 氏名(名称)(626)三菱金属株式会社

代表者

く野 st

4. 代理人

住所 東京都千代田区神田錦町一丁目23番地・ 宗保第二ビル8階

〒 101 電話 (03) 233-1676・1677

- 氏名 弁理士 (7667) 富 田 和 夫 無國発 (ほか1名)

5. 拒絶理由通知の自付

自発

6、補正の対象

明和曲の発明の詳細な説明の欄

7、補正の内容 別紙の通り

(1) 明細盤、発明の詳細な説明の項、

(a) 第17頁の第1表の1、

(b) 第18頁の第1表の2、

上記表中における超高圧焼結条件の闘

「真空度(torr)」とあるを、

「圧力(Kb)」と訂正する。

以上